

NEW TRIAZOLE DERIVATIVE

Patent Number: JP5345779
Publication date: 1993-12-27
Inventor(s): TAKEUCHI MASAKI; others: 01
Applicant(s):: CHUGAI PHARMACEUT CO LTD
Requested Patent: ☐ JP5345779
Application Number: JP19930043164 19930122
Priority Number(s):
IPC Classification: C07D401/12
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PURPOSE:To obtain a new compound useful as a herbicide and agricultural chemicals, showing synergistic activity in treatment of upland field.

CONSTITUTION:The compound of formula I (R1 and R2 are lower alkyl; X and Y are lower alkoxy, halo-lower alkoxy or lower alkyl; n is 0-2; p and q are 0-4 and p+q=1-4) such as 1-(N,N-diethylcarbamy)-3-(2-methoxy-3-pyridylthio)-1,2,4-triazole. The compound of formula I is obtained by reacting a triazole-based compound of formula II with a compound of formula III (L is halogen) and optionally oxidizing with an oxidizing agent.

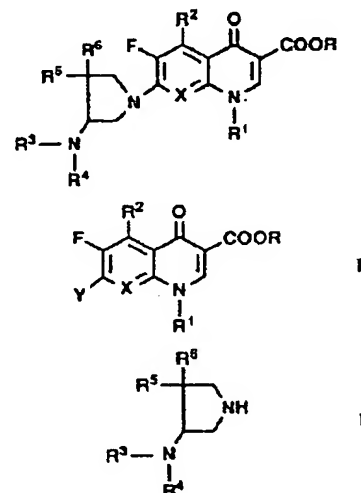
Data supplied from the esp@cenet database - I2

(54) 7-(4,4-DIALKYL-3-AMINO-SUBSTITUTED PYRROLIDINYL)-
QUINOLONE-3-CARBOXYLIC ACID DERIVATIVE

- (11) 5-345777 (A) (43) 27.12.1993 (19) JP
(21) Appl. No. 4-216667 (22) 23.7.1992 (33) JP (31) 92p.121032 (32) 16.4.1992
(71) HOKURIKU SEIYAKU CO LTD (72) YASUO ITO(5)
(51) Int. Cl⁵. C07D401/04, A61K31/47, C07D471/04//A61K31/435

PURPOSE: To obtain a new compound useful as an antimicrobial agent, an antiulcer agent and a therapeutic agent for AIDS.

CONSTITUTION: The compound of formula I (R is H or lower alkyl; R¹ is lower alkyl, cyclopropyl or (substituted)phenyl; R² is H, (monoalkyl-substituted) amino, etc.; R³ is H, lower alkyl, (halogeno)lower alkanoyl, etc.; R⁴ is H or lower alkyl; R⁵ and R⁶ are lower alkyl; X is (substituted)carbon or nitrogen), e.g. 7-(3-amino-4,4-dimethyl-1-pyrrolidinyl)-1-cyclopropyl-6-fluoro-1,4-dihydro-4-oxoquinoline-3-carboxylic acid. The compound of formula I is obtained by reacting a 7-halogenoquinolone-3-carboxylic acid derivative of formula II (Y is halogen) with a 4,4-dialkyl-3-amino-substituted pyrrolidine derivative of III in a solvent, as necessary, in the presence of a base.

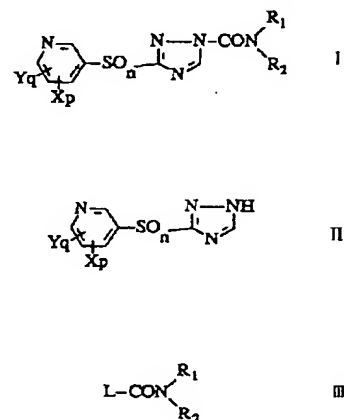


(54) NEW TRIAZOLE DERIVATIVE

- (11) 5-345779 (A) (43) 27.12.1993 (19) JP
(21) Appl. No. 5-43164 (22) 22.1.1993 (33) JP (31) 92p.57624 (32) 30.1.1992
(71) CHUGAI PHARMACEUT CO LTD (72) MASAKI TAKEUCHI(1)
(51) Int. Cl⁵. C07D401/12//A01N47/38

PURPOSE: To obtain a new compound useful as a herbicide and agricultural chemicals, showing synergistic activity in treatment of upland field.

CONSTITUTION: The compound of formula I (R₁ and R₂ are lower alkyl; X and Y are lower alkoxy, halo-lower alkoxy or lower alkyl; n is 0-2; p and q are 0-4 and p+q=1-4) such as 1-(N,N-diethylcarbamyl)-3-(2-methoxy-3-pyridylthio)-1,2,4-triazole. The compound of formula I is obtained by reacting a triazole-based compound of formula II with a compound of formula III (L is halogen) and optionally oxidizing with an oxidizing agent.

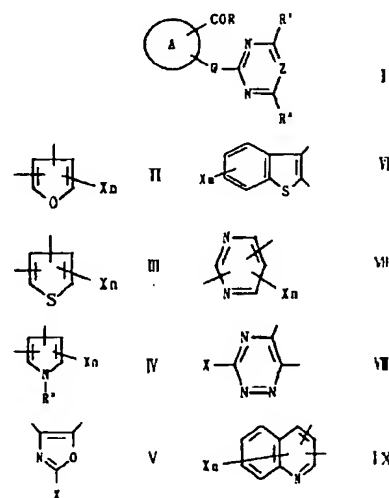


(54) PYRIMIDINE OR TRIAZINE DERIVATIVE AND HERBICIDE

- (11) 5-345780 (A) (43) 27.12.1993 (19) JP
(21) Appl. No. 3-355688 (22) 24.12.1991
(71) KUMIAI CHEM IND CO LTD(1) (72) MASAHIRO MIYAZAKI(4)
(51) Int. Cl⁵. C07D405/12, A01N43/54, A01N43/58, A01N43/60, A01N43/647, A01N43/66, A01N43/76, A01N43/78, A01N43/80, C07D239/54, C07D239/60, C07D401/12, C07D403/12, C07D403/14, C07D405/12, C07D409/12, C07D409/14, C07D413/12, C07D417/12, C07F7/10

PURPOSE: To obtain a pyrimidine or triazine derivative useful as a herbicide having high safety to crops, showing excellent herbicidal effects on perennial weeds as well as annual weeds.

CONSTITUTION: A compound of formula I (ring A is group of formula II to formula IX (X is H, alkyl, alkoxy, alkenyl, phenyl, benzyl, etc.; R¹ is H, alkyl, phenyl, acyl, alkylsulfonyl, etc.; n is 1-5), etc.; R is H, OH, imidazolyl, alkoxy, alkenyloxy, alkylthio, benzyloxy, phenoxy, furyloxy, etc.; R¹ and R² are H, halogen, allyl, alkoxy, alkylthio, phenoxy, cycloalkyl, etc.; W is O, S, NR¹⁰ (R¹⁰ is H, alkyl, formyl, acryl, benzoyl, etc.); Z is N or CH) or its salt such as 1-chloro-4-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yl)oxyisoquinoline-3-carboxylic acid ethyl ester.



(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-345779

(43)公開日 平成5年(1993)12月27日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 7 D 401/12	2 4 9	8829-4C		
// A 0 1 N 47/38		A 8930-4H		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 9 頁)

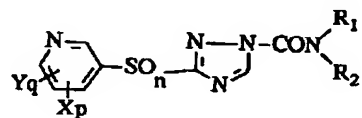
(21)出願番号	特願平5-43164	(71)出願人	000003311 中外製薬株式会社 東京都北区浮間5丁目5番1号
(22)出願日	平成5年(1993)1月22日	(72)発明者	竹内 正毅 東京都豊島区高田3丁目41番8号 中外製 薬株式会社内
(31)優先権主張番号	特願平4-57624	(72)発明者	神崎 充 静岡県藤枝市高柳2500 中外製薬株式会社 内
(32)優先日	平4(1992)1月30日		
(33)優先権主張国	日本(JP)		

(54)【発明の名称】 新規なトリアゾール誘導体

(57)【要約】

【目的】特に畑地処理で従来よりも優れた除草効果を示す新規なトリアゾール誘導体を提供すること。

【構成】



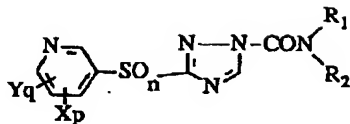
(式中、R₁及びR₂は同一又は異なって、低級アルキル基を示す。X及びYは同一又は異なって、低級アルコキシ基、ハロ低級アルコキシ基、低級アルキル基を示し、nは0～2の整数を、p及びqは同一又は異なって0～4の整数を示す。但し、pとqの和は1～4の範囲内とする)で表される新規なトリアゾール誘導体。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】一般式(I)

【化1】



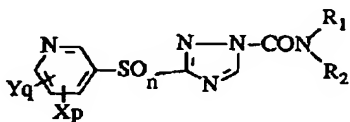
(式中、R₁及びR₂は同一又は異なって、低級アルキル基を示す。X及びYは同一又は異なって、低級アルコキシ基、ハロ低級アルコキシ基、低級アルキル基を示し、nは0～2の整数を、p及びqは同一又は異なって0～4の整数を示す。但し、pとqの和は1～4の範囲内とする)で表される新規なトリアゾール誘導体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は農薬として有用な一般式(I)

【化2】



【0002】(式中、R₁及びR₂は同一又は異なって、低級アルキル基を示す。X及びYは同一又は異なって、低級アルコキシ基、ハロ低級アルコキシ基、低級アルキル基を示し、nは0～2の整数を、p及びqは同一又は異なって0～4の整数を示す。但し、pとqの和は1～4の範囲内とする)で表される新規なトリアゾール誘導体に関する。

【0003】

【従来の技術】従来より、ある種のトリアゾール系化合物が除草効果を示すことは知られている(米国特許第4280831号明細書、特開昭59-39880号公報、特開昭60-100561号公報、特開昭61-178980号公報、特開昭63-14776号公報、特開平1-121279号公報、特開平2-1481号公報及び特開平3-279368号公報等参照)。

【0004】また特開平1-106883号公報には、スルホニル基に2-ピリジル基が置換されたトリアゾール系化合物が記載されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従来のこれらのトリアゾール系化合物は、水田系の除草剤としては、一定の効果を示すものの、畑土壌処理の場合、活性が十分でなかった。

【0006】本発明者等はこれらのトリアゾール系化合物よりもさらに低薬量で、とりわけ畑土壌処理で優れた除草効果を示し、しかも作物に対し、薬害を示すことのない除草剤を開発すべく鋭意研究を重ねた結果、意外にも一連のトリアゾール系化合物のスルホニル基の置換基

2

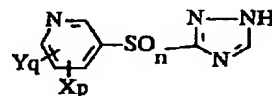
として、3-ピリジル基を導入し、ピリジル基上を特定の基で置換した一般式(I)で表される化合物が、特開平1-106883号公報に記載されている2-ピリジル系化合物や他のトリアゾール系化合物よりも優れた効果を示すことを見出し、本発明に至った。

【0007】

【課題を解決するための手段】一般式(I)で示される本発明化合物は、例えば以下の様にして製造することができる。

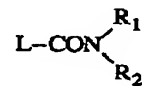
10 【0008】すなわち、一般式(II)

【化3】



【0009】(式中、X、Y、n、p及びqは前記と同一の意味を示す)で表されるトリアゾール系化合物に、一般式(III)

【化4】



【0010】(式中、Lはハロゲン原子を、R₁及びR₂は前記と同一の意味を示す)で表される化合物を反応させ、必要により適当な酸化剤で酸化することにより得られる。

【0011】上記反応において、目的とする一般式

(I)で表される化合物がスルフィニル化合物(n=1)又はスルホニル化合物(n=2)である場合、出発物質としてS部分が未酸化の一般式(I)で表される化合物を製造し、必要に応じてこれを酸化してもよい。酸化又は未酸化の一般式(II)で表される化合物を一般式(III)で表される化合物と反応させる工程は、一般式(II)で表される化合物に対して1当量以上、好ましくは1～2当量の脱酸剤の存在下、適当な溶媒中1～2当量、好ましくは1～1.2当量の一般式(II)で表される化合物を反応させる。反応温度は0～100℃、好ましくは20～70℃が適当である。

【0012】ここで使用される溶媒としては、例えばヘキサン、ヘプタン、リグロイン、石油エーテル等に脂肪族炭化水素類；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；クロロホルム、四塩化炭素、ジクロロエタン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素類；ジエチルエーテル、ジイソプロピルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン、ジエチレングリコールジメチルエーテル等のエーテル類；アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、イソホロン、シクロヘキサノン等のケトン類、ニトロエタン、ニトロベンゼン等のニトロ化物；アセトニトリル、イソブチロニトリル等のニトリル類；ピリジン、トリエチルアミン、N、N-ジエチルアニリン、トリブチルアミ

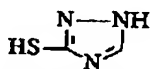
ン、N-メチルモルホリン等の第3級アミン；N，N-ジメチルホルムアミド等の酸アミド；ジメチルスルホキシド、スルホラン等の硫黄化合物等あるいは、それらの混合物が挙げられる。

【0013】また脱酸剤としては、ピリジン、トリエチルアミン、N，N-ジエチルアニリン等の有機塩基；水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、水素化ナトリウム等の無機塩基；ナトリウムメトキシド、ナトリウムエトキシド等のアルカリ金属アルコキシド等が挙げられる。

【0014】酸化工程は、例えば適当な溶媒中、酸化剤で酸化することによって行える。ここで使用される酸化剤としては、過酸化水素、過マンガン酸カリウム、クロム酸等の無機酸化剤；過酢酸、m-クロル過安息香酸等の有機酸化剤を挙げることができ、その際使用する溶媒としては、塩化メチレン、クロロホルム、アセトン、酢酸、水等あるいはこれらの混合溶媒を挙げることができる。反応温度は0～50℃が適当であるが、溶媒の種類あるいは反応の進行状況によって、適宜加温、あるいは冷却することもできる。

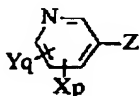
【0015】一般式（I I）で示される出発物質は例えば以下の様にして製造できる。すなわち、次式（I V）

【化5】



【0016】で表される化合物に、一般式（V）

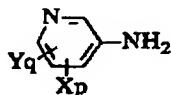
【化6】



【0017】（式中、Zはハロゲン原子を、X、Y、p及びqは前記と同一の意味を示す）で表される化合物を適当な溶媒中で反応させると得られる。

【0018】また、一般式（V I）

【化7】



【0019】（式中、X、Y、p及びqは前記と同一の意味を示す）で表される化合物を濃塩酸に溶解し、NaNO₂を加え、ジアゾニウム塩溶液として使用し、その中に式（I V）で表される化合物を加えて得ることもできる。

【0020】ここで用いられる溶媒としては、反応成分に不活性な溶媒であれば任意のものでよく、例えばジメチルホルムアミド等の前記記載のものが使用できる。反応温度は、一般式（V）で表される化合物を用いるときは、20～200℃、好ましくは50～150℃であり、一般式（V I）で表される化合物を用いるときは、0～100℃、好ましくは0～70℃である。

【0021】本発明化合物は水田及び畑地処理で、作物に対する薬害を示すことなく、優れた除草効果を示し、特に畑地の土壌処理において問題となる種々の雑草に対し、優れた除草効果を示す。

【0022】本発明化合物を除草剤の有効成分として用いる場合は、通常使用しうる担体、その他の製剤用補助剤等と混合して、乳剤、水和剤、油剤、粉剤、フロアブル剤、粒剤等の剤型で使用しうる。

【0023】ここで用いられる通常使用しうる担体としては、例えばタルク、クレイ、ベントナイト、カオリン、珪そう土、炭酸カルシウム、木炭、澱粉、アラビアゴム、水、アルコール、クロシン、ナフサ、キシレン、シクロヘキサン、メチルナフタレン、ベンゼン、アセトン、ジメチルホルムアミド、グリコールエーテル、N-メチルピロリドン等が挙げられる。

【0024】補助剤としては、例えばポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート、エチレンオキシドプロピレンオキシド共重合体、リグニンスルホン酸塩、ソルビタンエステル、石鹸類、硫酸化油類、アルキル硫酸エステル塩類、石油スルホネイト類、ジオクチルスルホサクシネイト塩類、アルキルベンゼンスルホン酸類、脂肪族アミン塩類、第4級アンモニウム塩類、アルキルピリジニウム塩類、アルキルジメチルベタイン、アルキルアミノエチルグリシン、ポリグリコール硫酸エステル、アルキルアミンスルホン酸、リン酸イソプロピル、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルアルコール、ヒドロキシプロピルセルロース、エチレングリコール、キサンタンガム等が挙げられる。

【0025】製剤化にあたり、混合比率は一般的には本発明化合物の割合を、重量%として0.05～95%の範囲で自由に選択することができるが、好ましくは1～70%を含有し、担体を5～99%、好ましくは70～90%、補助剤を0～20%、好ましくは1～7%含有する製剤が好ましい。また、他の殺菌剤、除草剤、植物生長調節剤、殺虫剤、殺ダニ剤等の農薬や肥料等と混合して使用することにより、より広範囲な効果を期待することができる。

【0026】本発明化合物を実際に使用するに際しては、使用時期・方法・剤型・場所、気象条件、対象雑草・作物等によって、使用量を適宜選択することが可能であるが使用薬量は、本発明化合物として一般的には10アール当り、5～500g、好ましくは10～200gである。

【0027】

【実施例】以下に実施例により、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらに何ら限定されるものではない。

【0028】実施例1

1-（N，N-ジエチルカルバミル）-3-（2-メト

キシ-3-ピリジルチオ)-1, 2, 4-トリアゾール
(化合物番号1)の製造

【0029】1) 3-アミノ-2-メトキシピリジン 3.2 g (0.026M) の濃塩酸 5.2 ml を含む 50 ml 水溶液を -5℃ で、NaNO₂ 1.8 g の水溶液でジアゾ化する。3-メルカプト-1, 2, 4-トリアゾール 5 g (0.05M)、苛性カリ 6.6 g を含む 50 ml 水溶液を 0℃ に冷却、攪拌下に上記ジアゾ溶液を徐々に加える。この間反応温度は 5℃ 以下に保持し、更に 1 時間冷却下、次いで室温に一夜反応させる。反応液を酢酸で pH 7 に中和し、析出する油状物質を酢酸エチルで抽出する。酢酸エチル層は一度水洗し、硫酸ナトリウムで乾燥後、酢酸エチルを留去すると褐色油状物質を得た。シリカゲル・フラッシュクロマトグラフィー(溶出液 酢酸エチル: n-ヘキサン=1:1)で精製すると、油状の 3-(2-メトキシ-3-ピリジルチオ)-1, 2, 4-トリアゾール 2.6 g を得た。

【0030】¹H-NMR (CDCl₃)
δ: 4.0 (3H, s), 6.8-8.1 (3H, m), 8.2 (1H, S)

【0031】2) 3-(2-メトキシ-3-ピリジルチオ)-1, 2, 4-トリアゾール 2.5 g をアセトン 10 ml に溶かし、ジエチルカルバミン酸クロライド 1.5 ml 及び炭酸カリウム 2 g を加え、常温に 1 時間、更に 40℃ に 3 時間反応させる。炭酸カリウムを濾過して除き、アセトン留去すると褐色油状物質を得た。シリカゲル・フラッシュクロマトグラフィー(溶出液 酢酸エチル: n-ヘキサン=1:1)で精製すると、油状の 1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-(2-メトキシ-3-ピリジルチオ)-1, 2, 4-トリアゾール 3.1 g を得た。

【0032】¹H-NMR (CDCl₃)
δ: 1.2 (6H, t), 3.5 (4H, q), 4.0 (3H, s), 6.9 (1H, m), 7.8-8.2 (2H, m), 8.8 (1H, s)

【0033】実施例2

1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-(2-メトキシ-3-ピリジルスルホニル)-1, 2, 4-トリアゾール
(化合物番号2)の製造

【0034】実施例1で得られた 1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-(2-メトキシ-3-ピリジルチオ)-1, 2, 4-トリアゾール 2.0 g をクロロホルム 50 ml に溶かし、室温で m-クロロ過安息香酸 3.8 g で酸化する。室温に 2 時間反応させた後、反応液を飽和炭酸水素ナトリウム溶液で洗い、硫酸ナトリウムで乾燥する。クロロホルムを留去すると固状残渣が残る。シリカゲル・フラッシュクロマトグラフィー(溶出液 酢酸エチル: n-ヘキサン=1:1)で精製すると、結晶状の 1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-(2-メトキシ-3-ピリジルスルホニル)-1,

2, 4-トリアゾール 2.2 g を得た。

【0035】融点: 120~121℃

【0036】実施例3

1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-[2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルチオ]-1, 2, 4-トリアゾール
(化合物番号3)の製造

【0037】1) 2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-アミノピリジン 3.8 g、水 200 ml、濃塩酸 4 ml を四径フラスコにとり、0℃ で攪拌下、亜硝酸ソーダ 1.4 g の水 10 ml 溶液を内温が 5℃ を越えない早さで加え、相当するジアゾニウム塩を合成した。

【0038】2) 500 ml 四径フラスコに 3-メルカプト-1, 2, 4-トリアゾール 3 g、水 100 ml、苛性カリ 2.2 g を加え、攪拌しながら内温を 5℃ 以下に保ち、前記1)で得たジアゾニウム塩を加える。内温が室温になるまで攪拌した後、濃塩酸で中和し、生じた油状物を酢酸エチルで抽出、乾燥、濃縮すると、3-[2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルチオ]-1, 2, 4-トリアゾールの粗生成物を得た。n-ヘキサン-酢酸エチル(1:1)で再結晶すると、融点 86~87℃ の 3-[2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルチオ]-1, 2, 4-トリアゾール 3.8 g を得た。

【0039】3) 前記2)の方法で得られた 3-[2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルチオ]-1, 2, 4-トリアゾール 5.5 g、ジエチルカルバミン酸クロライド 2.7 g、ピリジン 50 ml を 200 ml の四径フラスコにとり、70℃ で 2 時間攪拌した。その後ピリジンを留去し、残渣に水、クロロホルム各 100 ml を加え、分液した。クロロホルム層を無水硫酸ナトリウムで乾燥し、1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-[2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルチオ]-1, 2, 4-トリアゾールを得た。

【0040】¹H-NMR (CDCl₃)

δ: 1.2 (6H, t), 3.5 (4H, q), 4.8 (2H, q), 6.9-7.1 (1H, m), 7.8-8.2 (2H, m), 8.7 (1H, s)

【0041】実施例4

1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-[2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルスルホニル]-1, 2, 4-トリアゾール
(化合物番号4)の製造

【0042】実施例3の3)で得られた 1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-[2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルチオ]-1, 2, 4-トリアゾールのクロロホルム溶液を 0℃ に冷却し、攪拌下、m-クロロ過安息香酸 6.8 g を加える。室温で 3

10

20

30

40

50

時間攪拌したのち、30%重曹水100mlで3回洗浄し、クロロホルム層を乾燥、濃縮しすると、1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-[2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルスルホニル]-1, 2, 4-トリアゾールの粗結晶6.4gを得た。酢酸エチルで再結晶すると、融点85~86℃の目的物を得た。

【0043】実施例5

1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-[4-メチル-2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルチオ]-1, 2, 4-トリアゾール(化合物番号5)の製造

【0044】実施例1の1)又は実施例3の2)と同様にして得られた3-[4-メチル-2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルチオ]-1, 2, 4-トリアゾール0.3gを無水ピリジン5mlに溶かした溶液に、触媒量のN, N-ジメチルアミノピリジンを加えた。この溶液に室温下、ジエチルカルバミン酸クロライド0.25mlを加え、室温で一晩攪拌し水にあげ、エーテル抽出後、水洗し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。乾燥剤を濾別後、溶媒を減圧留去すると、油状の1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-[4-メチル-2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルチオ]-1, 2, 4-トリアゾール0.3gを得た。

【0045】¹H-NMR (CDCl₃)

δ: 1.1 (6H, t), 2.5 (3H, s), 3.5 (4H, q), 4.7 (2H, q), 7.0 (1H, d), 8.0 (1H, d), 8.7 (1H, s)

*

第1表

化合物番号	X p Y q	n	R ₁	R ₂	物性データ
7	4-OCH ₂ CF ₃	0	Et	Et	*1
8	4-OCH ₂ CF ₃	2	Et	Et	融点: 100 ~ 101.5 °C

*1:

¹H-NMR (CDCl₃) δ: 1.2 (6H, t), 3.5 (4H, q), 4.7 (4H, q), 6.8-8.4 (3H, m), 8.7 (1H, s)

【0050】次に本発明化合物の除草効果について、試験例をあげて説明する。

【0051】試験例1

1/5000アールのワグネルポットに水田土壌を充填

*【0046】実施例6

1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-[4-メチル-2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルスルホニル]-1, 2, 4-トリアゾール(化合物番号6)の製造

【0047】実施例5で得られた1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-[4-メチル-2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルチオ]-1, 2, 4-トリアゾール0.3gをクロロホルム5mlに溶かした溶液に、室温下、m-クロロ過安息香酸0.43gを加えた。この溶液を1時間半還流した後、冷蔵庫に一夜放置した。重亜硫酸ナトリウム水溶液に加え、30分攪拌した後、エーテルで抽出した。重炭酸ナトリウム水、水の順に洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。乾燥剤を濾別後、溶媒を減圧留去し、残渣をシリカゲルフラッシュクロマトグラフィー(溶出液 酢酸エチル: n-ヘキサン=1:1)に付すると、油状の1-(N, N-ジエチルカルバミル)-3-[4-メチル-2-(2, 2, 2-トリフルオロエトキシ)-3-ピリジルスルホニル]-1, 2, 4-トリアゾール0.16gを得た。

【0048】¹H-NMR (CDCl₃)

δ: 1.3 (6H, t), 2.9 (3H, s), 3.6 (4H, q), 4.7 (2H, q), 6.9 (1H, d), 8.1 (1H, d), 8.8 (1H, s)

【0049】以下に同様にして合成された本発明の化合物を第1表に示す。

【表1】

し、水を加え代かきを行い、タイヌビエ、コナギ、広葉雑草(アゼナ、キカシグサ)及びホタルイの種子を播種した後、2葉期のイネを1株(3本1株)移植した。薬剤の処理は、雑草播種及びイネ移植3日後に、後記製剤

例1に準じて得た粒剤の所定量を水面に手まき処理した。管理・育成は温室内において行い、薬剤処理4週間後に、除草効果及びイネの薬害を調査した。その結果を第2表に示す。

【0052】尚、表中の数値は除草効果及びイネの供試作物に対する薬害を示すもので、具体的には下記の通りである。

【0053】

数値

除草効果

作物薬害 *

* 5	100%防除 (雑草量 0%)	枯死
4	80%防除 (雑草量 20%)	甚害
3	60%防除 (雑草量 40%)	中害
2	40%防除 (雑草量 60%)	小害
1	20%防除 (雑草量 80%)	僅小害
0	0%防除 (雑草量 100%)	無害

【0054】

【表2】

第2表

供試薬剤	薬量 (g/a)	除 草 効 果				作 物 薬 害
		ダイズ・I	コナギ	広 葉	ホトカイ	イ ネ
化合物番号4	0.3	5	4	4	4	0
	0.7	5	5	5	5	0
化合物番号6	0.3	5	4	4	4	0
	0.7	5	5	5	5	0

【0055】試験例2

1/5000アールのワグネルポットに畑土壌を充填し、ダイズ及びワタの種子を播種し、雑草種子を含有させた畑土壌で覆土した。薬剤の処理は、覆土後、後記製剤例2に準じて得た水和剤の所定量を、1ポットあたり5mlの水に希釈して土壌表面に散布した。管理・育成※

※は温室内で行い、薬剤処理4週間後に除草効果及びダイズ・ワタの薬害を調査した。その結果を第3表に示す。

【0056】尚、表中の数値は試験例1に示したものと同じである。

【0057】

【表3】

第3表

供試薬剤	薬量 (g/a)	除 草 効 果				作 物 薬 害	
		メシハ [*]	ノズメノ テフ [*] ウ	イビ [*] 1	シロ [*]	ダイズ [*]	ワタ
化合物番号2	1	5	—	2	2	0	0
	2.5	5	—	4	4	0	0
	5	5	—	5	5	0	0
化合物番号4	1	5	5	4	4	0	0
	2.5	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
化合物番号6	1	5	—	4	4	0	0
	2.5	5	—	5	5	0	0
	5	5	—	5	5	0	0

【0058】試験例3

1/5000アールのワグネルポットに畑土壌を充填し、ダイズ及びワタの種子を播種し、雑草種子を含有させた畑土壌で覆土した。薬剤の処理は、覆土後、後記製剤例3に準じて得た乳剤の所定量を、1ポットあたり5mlの水に希釈して土壌表面に散布した。管理・育成は温室内で行い、薬剤処理4週間後に除草効果及びダイズ・ワタの薬害を調査した。尚、比較化合物として、特開平1-106883号公報に記載されている下記2-ピ

* 【0059】

比較化合物1：1- (N, N-ジエチルカルバミル) - 3- (3-クロロ-5-トリフルオロメチル-2-ピリジルチオ) - 1, 2, 4-トリアゾール

比較化合物2：1- (N, N-ジエチルカルバミル) - 3- (5-クロロ-2-ピリジルスルホニル) - 1, 2, 4-トリアゾール

【0060】尚、表中の数値は試験例1に示したものと
40 同じである。

【0061】

* 【表4】

第4表

供試薬剤	薬量 (g/a)	除 草 効 果				作 物 薬 害	
		メシハ	スズメノテ フホウ	イヌビユ	シロギ	ダイズ	サトウ
化合物番号4	0.5	5	4	3	2	0	0
	1	5	5	4	4	0	0
	2.5	5	5	5	5	0	0
	5	5	5	5	5	0	0
比較化合物1	0.5	0	0	0	0	0	0
	1	0	0	0	0	0	0
	2.5	0	0	0	0	0	0
	5	4	1	2	2	0	0
比較化合物2	0.5	0	0	0	0	0	0
	1	1	1	0	0	0	0
	2.5	4	2	3	0	0	0
	5	5	4	5	4	0	0

【0062】次に、本発明化合物の製剤例を示す。

* * 【0063】製剤例1

化合物番号2 0.5重量部
 リグニンスルホン酸ソーダ 2重量部
 ベントナイト 30重量部
 タルク 67.5重量部

これらの成分を均一になるまで良く混合し、造粒して粒
 剤を得る。

※ 【0064】製剤例2

化合物番号3 50重量部
 アルキル硫酸ソーダ 2.5重量部
 ポリオキシエチレンアルキル 2.5重量部
 フェニルエーテル
 クレー 45重量部

これらの成分を均一になるまで良く混合し、微粉碎して
 水和剤を得る。

★ 【0065】製剤例3

化合物番号4 20重量部
 アルキルベンゼンスルホン酸塩 3重量部
 ポリオキシエチレンアルキル 10重量部
 フェニルエーテル
 キシロール 67重量部

これらの成分を均一になるまで良く混合し、溶解して乳剤を得る。

【0066】

【発明の効果】本発明化合物は、従来のトリアゾール系化合物に3-ピリジルスルホニル（スルフィニル又はチオ）基を導入することにより、またこの3-ピリジル基*

*に特定の置換基を導入することにより、従来の化合物よりも優れた除草効果を期待できるものであり、とりわけ畑地処理において優れた除草活性を示すものである。また作物に対する薬害も極めて少ない、有用な除草剤である。